

PT Nitrati: III sessione test nitrati anno 2023

PT Nitrates: III nitrate test session year 2023

Natura della modifica: prima emissione Nature of modification: first issue		
Redazione - Editing Staff	Alessandro Tieghi Diego Tamoni Erika Roncarati	atieghi@arpae.it dtamoni@arpae.it eroncarati@arpae.it
Approvazione del report finale - Report Approval	Ivan Scaroni	iscaroni@arpae.it
Coordinatore - Coordinator	Alessandro Tieghi	atieghi@arpae.it
Organizzatore e autorizzatore all'emissione del report finale - PT Provider	Stefano Forti	sforti@arpae.it

*Documento firmato digitalmente secondo la normativa vigente
Document digitally signed according to current legislation*

Arpae - Agenzia regionale per la prevenzione, l'ambiente e l'energia dell'Emilia-Romagna

Sede legale Via Po 5, 40139 Bologna | tel 051 6223811 | PEC dirgen@cert.arpa.emr.it | www.arpae.it | P.IVA 04290860370

Sezione di Ferrara Via Bologna 534, 44124 Ferrara | tel 0532 234811 | PEC aoofe@cert.arpa.emr.it | www.arpae.it |

Indice

Premessa	4
Foreword	5
1. Introduzione	8
2. Riservatezza	8
3. Matrice	8
4. Preparazione della matrice	8
5. Verifica del contenuto di nitrati	8
6. Preparazione dei campioni incrementati	8
7. Conservazione dei campioni	8
8. Consegna dei campioni al corriere	8
1. Introduction	9
2. Confidentiality	9
3. Matrix	9
4. Matrix preparation	9
5. Nitrate content check	9
6. Preparation of incremented samples	9
7. Storage of samples	9
8. Delivery of samples to the courier	9
9. Dati preliminari	10
10. Errori grossolani ovvi	10
11. Ricevimento risultati ed informazioni dai laboratori	10
9. Preliminary data	11
10. Obvious errors	11
11. Receipt of results and information from laboratories	11
12. Valore assegnato della concentrazione e std dev = 12%	16
13. Verifica dell'omogeneità e stabilità	16
12. Assigned concentration value and std dev 12%	17
13. Homogeneity and stability assessment	17
14. Valutazione adeguatezza del metodo	18
14. Evaluation of the adequacy of the method	19
15. Commento ai risultati e confronto con gli altri test	26
15. Comment on the results and comparison with other tests	27
16. Risultati e livello di concentrazione	30
16. Results and level of concentration	31
17. Statistica	32
17. Statistics	33
18. Appelli o Reclami	42
19. Oggetti residui	42
20. Riferimenti	42
18. Appeals or Complaints	43
19. Residual objects	43
20. References	43

Tabelle

<i>Tabella 1: tenori massimi di nitrati in prodotti vegetali freschi e trasformati – Reg. UE 2023/915</i>	6
<i>Tabella 2: informazioni sul test</i>	6
<i>Table 1: maximum nitrate levels in fresh and processed vegetable products – Reg. UE 2023/915</i>	7
<i>Table 2: information about the test</i>	7
<i>Tabella 3: dati preliminari</i>	10
<i>Table 3: preliminary data</i>	11
<i>Tabella 4: riassunto informazioni dai laboratori</i>	12
<i>Table 4: summary information from the laboratories</i>	13
<i>Tabella 5: valore assegnato della concentrazione e std dev = 12%</i>	16
<i>Tabella 6: risultati delle analisi per la verifica dell'omogeneità</i>	16
<i>Table 5: assigned value of concentration and std dev 12%</i>	17
<i>Table 6: analysis results to verify homogeneity</i>	17
<i>Tabella 7: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità</i>	18
<i>Tabella 8: verifica stabilità A</i>	18
<i>Tabella 9: verifica stabilità B</i>	18
<i>Tabella 10: valutazione adeguatezza del metodo</i>	18
<i>Table 7: summary of statistical tests to verify homogeneity</i>	19
<i>Table 8: check stability A</i>	19
<i>Table 9: check stability B</i>	19
<i>Table 10: evaluation of the adequacy of the method</i>	19
<i>Tabella 11: risultati ricevuti dai laboratori</i>	20
<i>Table 11: results received from laboratories</i>	21
<i>Tabella 12: z-score</i>	23
<i>Table 12: z-score</i>	24
<i>Tabella 13: valutazione complessiva del test</i>	26
<i>Tabella 13: overall evaluation of the test</i>	27
<i>Tabella 14: Concentrazione, numero laboratori partecipanti e % laboratori con z-score soddisfacenti</i>	28
<i>Table 14: Concentration, number of participating laboratories and % laboratories with satisfactory z-scores</i>	29

Grafici

<i>Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore – Graphict 1: number of laboratories that received the test divided by interval in hours</i>	14
<i>Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo – Graph 2: number of laboratories and arrival sample status</i>	14
<i>Grafico 3: metodi utilizzati – Graph 3: Methods of analysis</i>	15
<i>Grafico 4: nitrati - Graph 4: nitrates</i>	22
<i>Grafico 5: Box plot nitrati - Graph 5: nitrate box plot</i>	22
<i>Grafico 6: z score - Graph 6: z score</i>	25
<i>Grafico 7: % laboratori con risultati soddisfacenti e livello di concentrazione</i>	30
<i>Grafico 8: risultati espressi attraverso la % dei laboratori con z-score soddisfacenti</i>	30

Premessa

A fronte di normative che stabiliscono limiti massimi del tenore di nitrati su lattughe ed altri ortaggi a foglia (vedi Tabella 1: tenori massimi di nitrati in prodotti vegetali freschi e trasformati – Reg. UE 2023/915), e delle informazioni bibliografiche riguardo la tossicità cronica provocata da metaboliti di queste sostanze nell'organismo umano, e' di particolare interesse valutare il contenuto di nitrati su questi prodotti.

Scopo del test è quello di verificare l'applicabilità in routine delle metodiche analitiche adottate dai laboratori nelle loro attività.

Da anni la sede di Ferrara del laboratorio multisito di ARPAE Emilia-Romagna si è posta tra gli obiettivi istituzionali, di proporre, a strutture pubbliche e private, proficiency test (PT).

L'obiettivo principale dei PT è quello di fornire ai tecnici uno strumento di valutazione del loro operato, affinché l'attività di laboratorio condotta in routine offra nel tempo garanzia di qualità del dato analitico.

ARPAE risulta accreditata come provider di proficiency test dal 25/09/2019, in conformità alla norma UNI CEI ISO/IEC 17043:2010, a cui è stato assegnato il codice PTP N°: 0020P.

Nel rispetto della norma citata, la trattazione statistica dei dati dei partecipanti è stata condotta prevedendo il calcolo del valore assegnato applicando l'Algoritmo A, come descritto nell'ANNEX C della norma 13528:2022, Tale algoritmo produce stime robuste della media e della deviazione standard dei dati ai quali è applicato.

In base a tale trattamento viene espressa la valutazione delle performance con il parametro z-score.

Foreword

Since the regulations establish maximum nitrate content limits on lettuces and other leafy vegetables, (see Table 1: maximum nitrate levels in fresh and processed vegetable products - EU Reg. 2023/915) and bibliographical information regarding chronic toxicity in the human organism, caused by metabolites of these substances, it is particularly interesting to evaluate the nitrate content of these products.

The purpose of the test is to verify the routine applicability of analytical methods adopted by the laboratories in their activities.

For years, an institutional objective of the multi-site laboratory in Ferrara (ARPAE Emilia-Romagna), includes proposing proficiency tests (PT) to public and private structures.

The PTs main objective is to provide technicians with a tool for evaluating their work, so that routine laboratory activity may offer a quality guarantee of the analytical data over time.

ARPAE has been accredited as a proficiency test provider since 2019, in compliance with the UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 standard, to which the PTP code N°: 0020P has been assigned.

In compliance with the aforementioned standard, the statistical treatment of the participants' data was conducted by providing a calculation of the assigned value by applying Algorithm A, (as described in ANNEX C of standard 13528:2022). This algorithm yields robust estimates of the mean and standard deviation of the data to which it is applied..

Based on this treatment, the performance evaluation is expressed with on the z-score parameter.

Tabella 1: tenori massimi di nitrati in prodotti vegetali freschi e trasformati – Reg. UE 2023/915

6		Altri contaminanti	
6.1	Nitrati	Tenore massimo (mg NO ₃ /kg)	
6.1.1	Spinaci freschi (<i>Spinacia oleracea</i>)	3 500	Il tenore massimo non si applica agli spinaci freschi destinati alla trasformazione che vengono direttamente trasportati in blocco dal campo allo stabilimento di trasformazione.
6.1.2	Spinaci in conserva, surgelati o congelati	2 000	
6.1.3	Lattuga fresca (<i>Lactuca sativa</i> L.), ad eccezione dei prodotti di cui al punto 6.1.4		
6.1.3.1	Lattuga in coltura protetta, raccolta fra il 1° ottobre e il 31 marzo	5 000	La lattuga in coltura protetta deve essere etichettata come tale; altrimenti si applica il tenore massimo di cui al punto 6.1.3.2.
6.1.3.2	Lattuga coltivata in campo aperto, raccolta tra il 1° ottobre e il 31 marzo	4 000	
6.1.3.3	Lattuga in coltura protetta, raccolta tra il 1° aprile e il 30 settembre	4 000	La lattuga in coltura protetta deve essere etichettata come tale; altrimenti si applica il tenore massimo di cui al punto 6.1.3.4.
6.1.3.4	Lattuga coltivata in campo aperto, raccolta tra il 1° aprile e il 30 settembre	3 000	
6.1.4	Lattuga di tipo «Iceberg»		Compresa la lattuga di tipo «Grazer Krauthaupt».
6.1.4.1	Lattuga in coltura protetta	2 500	La lattuga in coltura protetta deve essere etichettata come tale; altrimenti si applica il tenore massimo di cui al punto 6.1.4.2.
6.1.4.2	Lattuga coltivata in campo aperto	2 000	
6.1.5	Rucola (<i>Eruca sativa</i> , <i>Diplotaxis</i> sp., <i>Brassica tenuifolia</i> , <i>Sisymbrium tenuifolium</i>)		
6.1.5.1	raccolta tra il 1° ottobre e il 31 marzo	7 000	
6.1.5.2	raccolta tra il 1° aprile e il 30 settembre	6 000	
6.1.6	Alimenti per la prima infanzia e alimenti trasformati a base di cereali destinati ai lattanti e ai bambini nella prima infanzia (*)	200	Il tenore massimo si applica ai prodotti pronti per l'uso (immessi sul mercato come tali o ricostituiti secondo le istruzioni del fabbricante).

L 11/9/15/2

IT

Gazzetta ufficiale dell'Unione europea

5.5.2023

Tabella 2: informazioni sul test

Data di preparazione del test	19/09/2023
Data di consegna campioni al corriere	02/10/2023
Corriere utilizzato	Traser
Campioni (incrementati e bianco) confezionati con	ghiaccio secco
Numero campioni preparati	67
Numero campioni bianchi	--
Numero laboratori cui è stato inviato il test	37
Numero laboratori che hanno fornito i risultati	36 (pari a 97%)
Matrice utilizzata	lattughe

Table 3: maximum nitrate levels in fresh and processed vegetable products – Reg. UE 2023/915

		Other contaminants	
6	Nitrates	Maximum level (mg NO ₃ /kg)	
6.1.1	Fresh spinach (<i>Spinacia oleracea</i>)	3 500	The maximum level does not apply for fresh spinach for processing, which is directly transported in bulk from field to processing plant.
6.1.2	Preserved, deep-frozen or frozen spinach	2 000	
6.1.3	Fresh lettuce (<i>Lactuca sativa</i> L.) except products listed in 6.1.4		
6.1.3.1	Lettuce grown under cover, harvested between 1 October and 31 March	5 000	Lettuce grown under cover has to be labelled as such; otherwise the maximum level specified in 6.1.3.2 applies.
6.1.3.2	Lettuce grown in the open air, harvested between 1 October and 31 March	4 000	
6.1.3.3	Lettuce grown under cover, harvested between 1 April and 30 September	4 000	Lettuce grown under cover has to be labelled as such; otherwise the maximum level specified in 6.1.3.4 applies.
6.1.3.4	Lettuce grown in the open air, harvested between 1 April and 30 September	3 000	
6.1.4	'Iceberg' type lettuce		Including Grazer Krauthäuptl.
6.1.4.1	Lettuce grown under cover	2 500	Lettuce grown under cover has to be labelled as such; otherwise the maximum level specified in 6.1.4.2 applies.
6.1.4.2	Lettuce grown in the open air	2 000	
6.1.5	Rucola (<i>Eruca sativa</i> , <i>Diplotaxis</i> sp., <i>Brassica tenuifolia</i> , <i>Sisymbrium tenuifolium</i>)		
6.1.5.1	harvested between 1 October and 31 March	7 000	
6.1.5.2	harvested between 1 April and 30 September	6 000	
6.1.6	Baby food and processed cereal-based food for infants and young children ⁽¹⁾	200	The maximum level applies to the products ready to use (placed on the market as such or after reconstitution as instructed by the manufacturer).

Table 4: information about the test

Test preparation date	19/09/2023
Sample delivery date to the courier	02/10/2023
Courier used	Traser
Samples (incremented and blank) packaged with	dry ice
Number of samples prepared	67
Number of blank samples	--
Number of laboratories to which the test was sent	37
Number of laboratories that provided results	36 (pari a 97%)
Matrix used	lettuces

1. Introduzione

La sede di Ferrara del laboratorio multisito di ARPAE Emilia-Romagna ha preparato nel mese di settembre il terzo test sui nitrati dell'anno 2023. Il test è stato inviato a 37 laboratori.

2. Riservatezza

Per l'intera durata dello schema i laboratori vengono identificati solo ed esclusivamente tramite un codice numerico.

I codici vengono attribuiti con un criterio casuale e comunicati al partecipante al momento della condivisione del Foglio di Google per la trasmissione dei risultati.

Nel caso in cui i risultati di un partecipante debbano essere comunicati a terzi, ciò avviene solo previa conoscenza e autorizzazione scritta del partecipante stesso.

Detta autorizzazione non è prevista nei casi in cui la richiesta provenga da organismi preposti dalla legge, tuttavia l'organizzatore è tenuto a darne comunicazione scritta al partecipante.

3. Matrice

La matrice utilizzata per la preparazione del test è stata: lattughe. Il prodotto, d'origine italiana, è stato acquistato da un fornitore della provincia di Ferrara.

4. Preparazione della matrice

Utilizzando il Mod. 2 dell I40401/PT "Preparazione matrice nitrati" è stata definita la massa di prodotto omogenato necessario per confezionare gli oggetti.

5. Verifica del contenuto di nitrati

Dall'intera quantità di prodotto, di cui al punto precedente, sono stati prelevati alcuni campioni elementari, sui quali è stato verificato il contenuto di nitrati. La concentrazione, in mg/kg di NO_3 , riscontrata all'analisi (media di 20 campioni) è pari a: 917 mg/kg di NO_3

6. Preparazione dei campioni incrementati

Le lattughe, disponendo di un contenuto di nitrati sufficiente per il test, non sono state incrementate con una soluzione salina di sodio nitrato.

La matrice, addizionata di borace, quale conservante, in ragione del 5% in peso, agitata meccanicamente per un tempo sufficiente a renderla omogenea, è stata successivamente suddivisa nei contenitori.

Su ognuno di questi è stata posta un'etichetta riportante la dicitura: PT NITRATI CAMPIONE TAL QUALE, matrice LATTUGHE, codice 3S23.

7. Conservazione dei campioni

Prima di effettuare la spedizione i campioni sono stati congelati e conservati in freezer, ad una temperatura di $-13 \pm 5^\circ\text{C}$, almeno per una notte. Il controllo della temperatura avviene attraverso un sistema a rete di data logger, tarato e gestito nell'ambito del SGQ di ARPAE, secondo le istruzioni operative I65001/LM "Taratura e utilizzo di strumenti di misura per la temperatura" e I65001/FE "Data logger per i frigoriferi e i congelatori: utilizzo e scarico dei dati".

8. Consegna dei campioni al corriere

La consegna dei campioni al corriere per la spedizione è avvenuta in data 02/10/2023. Durante il trasporto, i campioni sono stati conservati con ghiaccio secco.

1. Introduction

The multi-site laboratory of the Ferrara branch (ARPAE Emilia-Romagna) prepared in September the third 2023 nitrate test. The test was sent to 37 laboratories.

2. Confidentiality

For the entire duration of the scheme, the laboratories are identified only and exclusively through a numerical code.

The codes are assigned on a random basis and communicated to the participant when sharing the Google Sheet is shared for the transmission of their results.

In the event that the results of a participant must be communicated to third parties, this occurs only with the prior knowledge and written authorization of the participant.

This authorization is not foreseen in cases where the request comes from bodies appointed by law, however the organizer is required to give written notice to the participant.

3. Matrix

The matrix used to prepare the test was lettuces. The product, of Italian origin, was purchased from a supplier in the Ferrara province.

4. Matrix preparation

The homogenized product mass, necessary to be put into each package, was defined by Mod.2-I40401/PT "Preparation of nitrate matrix".

5. Nitrate content check

From the entire product quantity, (see 4.), some elementary samples were taken, on which the nitrate content was verified. The concentration, in mg/kg of NO₃, found during the analysis (average of 20 samples) is equal to: 917 mg/kg of NO₃.

6. Preparation of incremented samples

The lettuces, having a sufficient nitrate content for the test, did not have a sodium nitrate saline solution added.

The matrix, with 5% by weight of borax added as a preservative, mechanically stirred to sufficiently make it homogeneous, was subsequently divided into containers.

On each of these containers a label was placed with these words: PT NITRATES SAMPLE AS IS, LETTUCE matrix, code 3S23.

7. Storage of samples

Before shipping, the samples were frozen and stored in the freezer, at a temperature of $-13 \pm 5^{\circ}\text{C}$, at least for one night. Temperature control takes place through a data logger network system, calibrated and managed within the ARPAE QMS, (according to I65001/LM and I65001/FE).

8. Delivery of samples to the courier

The samples were delivered to the courier for shipping on 02/10/2023.

During transportation, the test samples were stored with dry ice.

9. Dati preliminari

Nella seguente tabella vengono riportati i dati preliminari del test: l'incremento teorico se effettuato, la concentrazione media rilevata dai laboratori M_{Lab} , il valore minimo rilevato dai laboratori vm_{Lab} , il valore massimo rilevato dai laboratori VM_{Lab} , e la concentrazione media rilevata da ARPAE M_{ARPAE} .

Tabella 5: dati preliminari

Descrizione	i.t.	M_{Lab}	vm_{Lab}	VM_{Lab}	M_{arpae}	Camp. Inviati	Risultati pervenuti	
parametri	<i>mg/kg</i>	<i>mg/kg</i>	<i>mg/kg</i>	<i>mg/kg</i>	<i>mg/kg</i>	<i>n</i>	<i>n</i>	<i>%</i>
Nitrati	--	924	812	1060	917	37	36	97

10. Errori grossolani ovvi

Non sono presenti valori corrispondenti ad errori grossolani ovvi.

11. Ricevimento risultati ed informazioni dai laboratori

In conformità al punto 4.6.1.2 della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010 viene individuata una data univoca per la consegna dei risultati. Per il 3S23 Nitrati è stata individuata come dead line il 27/10/2023.

Per la trasmissione dei risultati con ogni partecipante viene condiviso uno specifico Foglio di Google che riporta il codice identificativo del laboratorio. Come stabilito nella I40441/PT "Piano statistico prove valutative interlaboratorio", i risultati sono stati inseriti direttamente dai partecipanti utilizzando i Fogli di Google precedentemente citati. Analogamente, viene inserito direttamente dai partecipanti, lo stato dei campioni all'arrivo, il tempo impiegato per la consegna e il metodo utilizzato per la determinazione del tenore di nitrati. Al momento della dead line viene tolta la condivisione e la possibilità di modifica, e viene inviato via mail, ad ogni singolo partecipante, il file in formato pdf del proprio Foglio di Google compilato.

Tali informazioni sono riassumibili nella Tabella 4: riassunto informazioni dai laboratori.

Nel Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore viene riportato il: numero dei laboratori che hanno ricevuto il test suddiviso per intervallo di tempo in ore e nel Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo si riportano il dettaglio di quanto indicato in tabella.

9. Preliminary data

The following table shows the preliminary data of the test: the theoretical increase if carried out, the average concentration detected by the M_{Lab} laboratories, the minimum value detected by the vm_{Lab} laboratories, the maximum value detected by the VM_{Lab} laboratories, and the average concentration detected by ARPAE M_{ARPAE} .

Table 6: preliminary data

Description	i.t.	M_{Lab}	vm_{Lab}	VM_{Lab}	M_{arpae}	Samples Sent	Results received	
parameters	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	n	n	%
Nitrates	--	924	812	1060	917	37	36	97

10. Obvious errors

There are no values corresponding to obvious errors.

11. Receipt of results and information from laboratories

A unique date is identified to deliver the results (see 4.6.1.2 - UNI CEI EN ISO/IEC 17043:2010): the 3S23 Nitrate test deadline was identified on 27/10/2023.

To transmit the results, a specific Google Sheet is shared with each participant, which contains the laboratory identification code. As established in I40441/PT "Interlaboratory evaluation test statistical plan", the results should be entered into the Google Sheets (as previously mentioned) directly by the participants.

The status of the samples upon arrival, the time taken for delivery and the method used to determine the nitrate content is also entered directly by the participants. On the deadline, sharing with the Provider and modifications are no longer allowed. The completed Google Sheet PDF file will be sent by email to each individual participant.

This information can be summarized in Table 4: summary of information from the laboratories.

Graph 1 reports the number of laboratories that received the test per time interval in hours, Graph 2 reports the number of laboratories and the arrival samples status (which is also indicated in table 4), and Graph 3 reports the methods of analysis.

Tabella 7: riassunto informazioni dai laboratori

INVIO CAMPIONI E STATO ALL'ARRIVO			TEMPO PER IL TRASPORTO (IN ORE)		
	<i>n°</i>	%	<i>ore</i>	<i>n°</i>	%
campioni inviati	37				
			< 24	13	35
ottimo	35	94	24	18	48
buono	1	3	48	5	14
scarso	0	0	72	0	0
dato non fornito	1	3	> 72	0	0
			dato non fornito	1	3
Moduli	37	100	Risultati	37	100

METODI DI ANALISI		
	<i>n°</i>	%
campioni inviati	37	
metodo colorimetrico	3	8
metodo conduttimetrico	24	65
Altro	9	24
dato non fornito	1	3
moduli	37	100

Legenda:

- Invio campioni al Laboratorio

- ✓ *n°* = numero di laboratori che hanno ricevuto il campione con lo stato all'arrivo indicato
- ✓ % = numero di laboratori che hanno ricevuto il campione con lo stato all'arrivo indicato, espresso in percentuale rispetto al numero di campioni inviati
- ✓ stato all'arrivo = condizioni di conservazione del campione all'arrivo
 ottimo: congelato in presenza di ghiaccio secco
 buono: senza ghiaccio secco, ma in buone condizioni
 scarso: scongelato

- Tempo per il trasporto

- ✓ *ore* = numero di ore impiegate per consegnare i campioni presso i laboratori.
- ✓ *n°* = numero dei laboratori che hanno ricevuto il test nelle ore indicate
- ✓ % = numero dei laboratori che hanno ricevuto il test nelle ore indicate, espresso in percentuale rispetto al numero di campioni inviati.

Table 8: summary information from the laboratories

SENDING SAMPLES AND STATUS ON ARRIVAL			TRANSPORT TIME (IN HOURS)		
	<i>n</i> °	%	<i>hours</i>	<i>n</i> °	%
samples sent	37				
			< 24	13	35
optimal	35	94	24	18	48
good	1	3	48	5	14
rare	0	0	72	0	0
data not provided	1	3	> 72	0	0
			data not provided	1	3
forms	37	100	results	37	100

<i>METHODS OF ANALYSIS</i>		
	<i>n</i> °	%
samples sent	37	
colorimetric method	3	8
conductometric method	24	65
Other	9	24
data not provided	1	3
forms	37	100

Legend:

- Sending samples to the Laboratory

- ✓ *n*° = number of laboratories that received the sample with the indicated arrival status
- ✓ % = number of laboratories that received the sample with the indicated arrival status, expressed as a percentage of the number of samples sent
- ✓ state on arrival = storage conditions of the sample upon arrival
excellent: frozen in the presence of dry ice
good: no dry ice, but in good condition
poor: defrosted

- Time for transportation

- ✓ *hours* = number of hours spent delivering samples to the laboratories.
- ✓ *n*° = number of laboratories that received the test in the indicated hours
- ✓ % = number of laboratories that received the test in the hours indicated, expressed as a percentage of the number of samples sent.

Grafico 1: numero di laboratori che hanno ricevuto il test per intervallo di tempo in ore – Graphict 1: number of laboratories that received the test divided by interval in hours

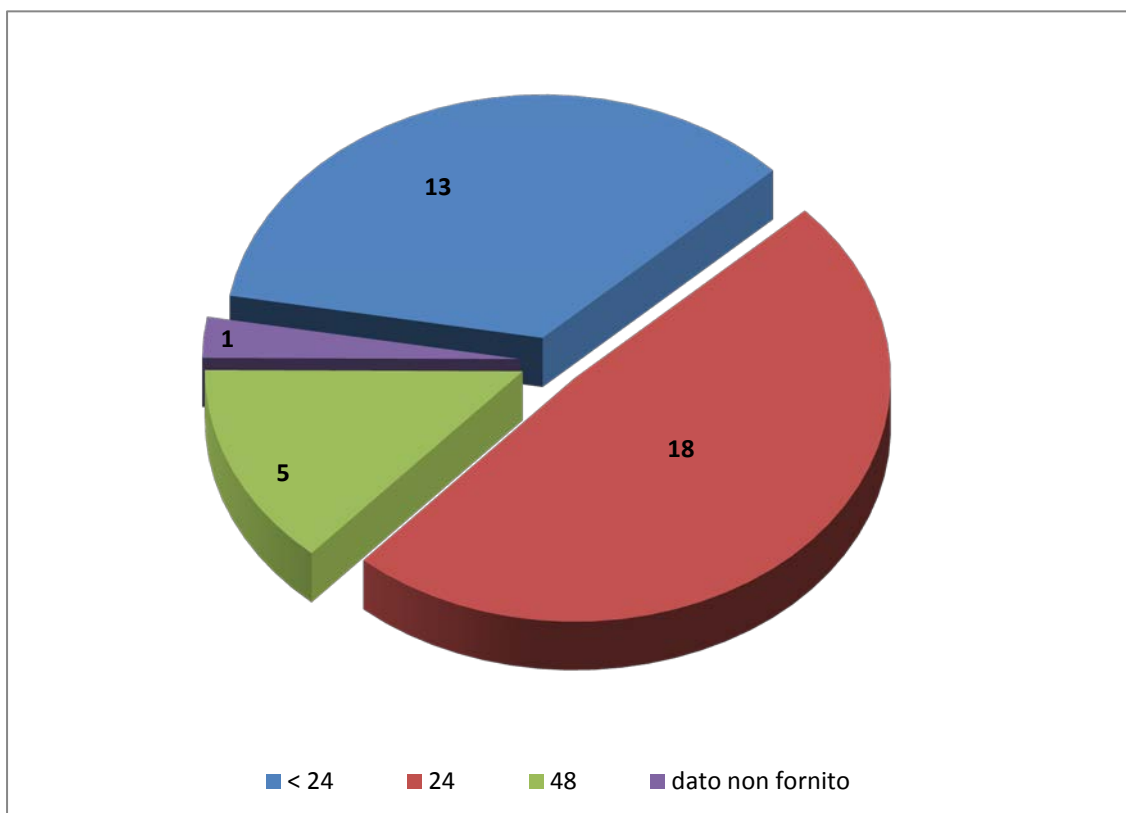


Grafico 2: numero di laboratori e stato dei campioni all'arrivo – Graph 2: number of laboratories and arrival sample status

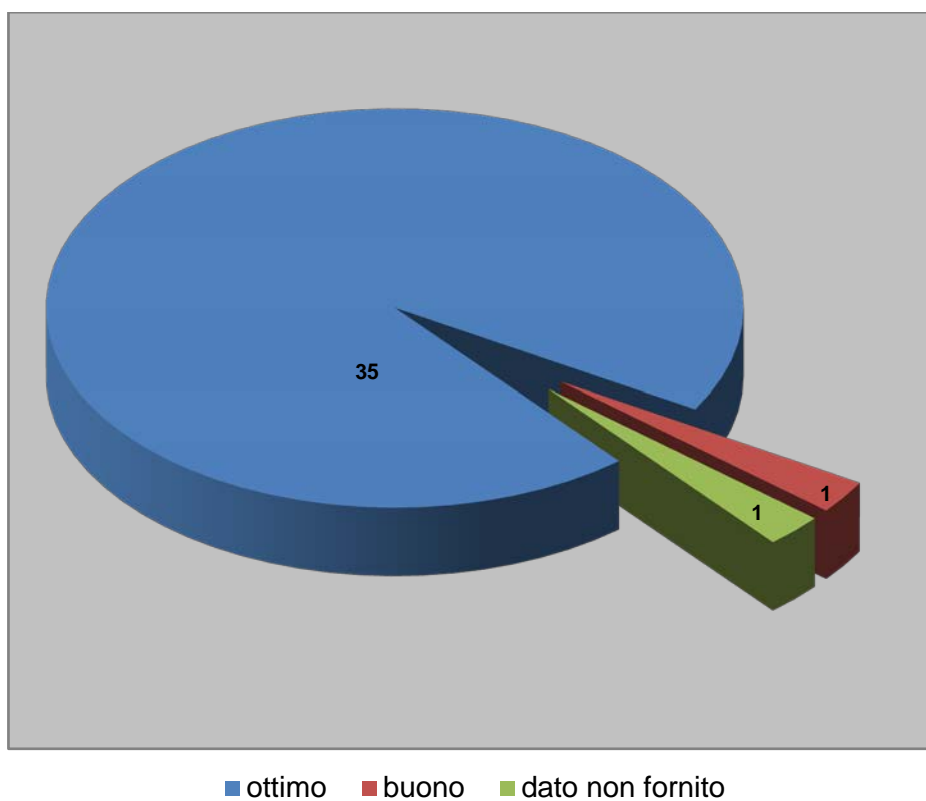
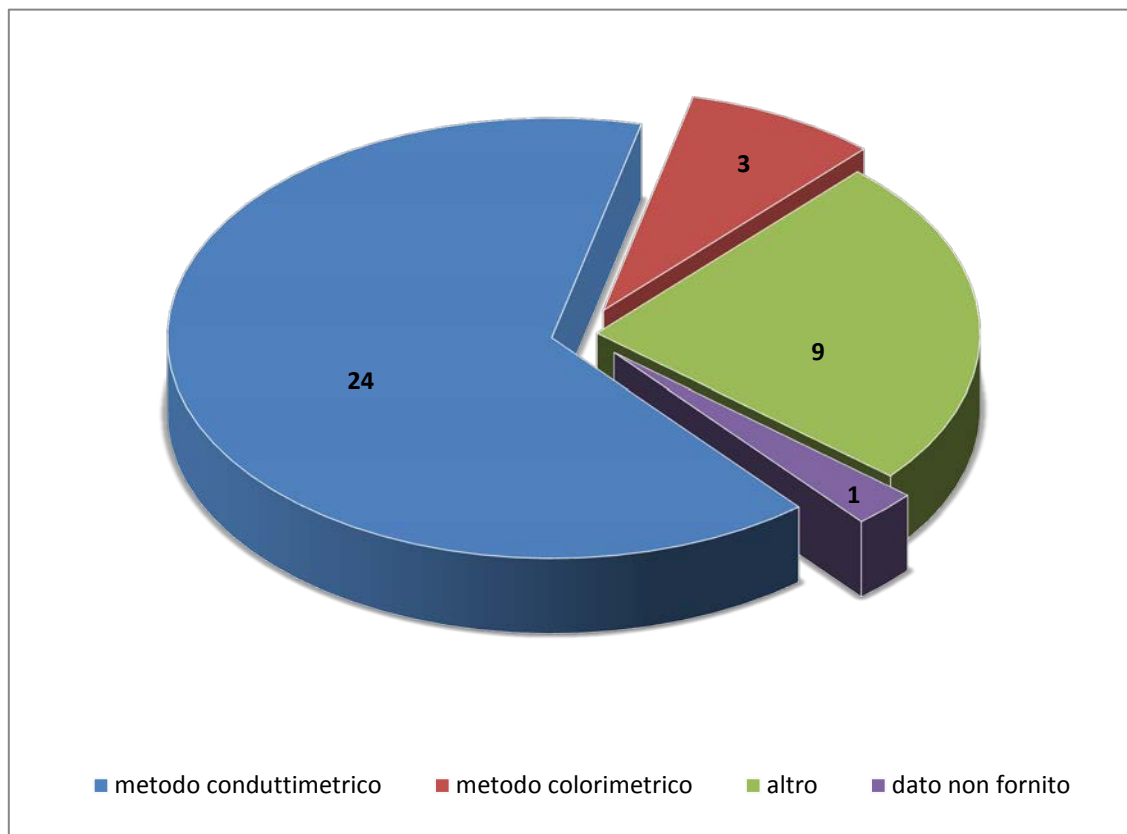


Grafico 3: metodi utilizzati – Graph 3: Methods of analysis



12. Valore assegnato della concentrazione e std dev = 12%

La seguente tabella riassume le informazioni inerenti a:

- valore vero assegnato, ottenuto dalla media robusta, calcolata con l'Algoritmo A, dei risultati dei laboratori, con l'esclusione dei soli valori anomali grossolani ovvi,
- σ_{PT} deviazione standard pari al 12% del valore assegnato,
- incertezza associata al parametro,
- criterio adottato per la valutazione della performance in base alla relazione tra l'incertezza associata al parametro e la deviazione standard del PT.

Trattandosi di valori di consenso si ritiene ininfluente la descrizione della riferibilità metrologica.

Tabella 9: valore assegnato della concentrazione e std dev = 12%

Parametro	Unità di misura	Valore assegnato	$\sigma_{PT} =$ dev std 12%	$U_{(xPT)}$	$U_{(xpt)} < 0.3\sigma_{PT}$
Nitrati	mg/kg NO ₃	924	110.9	12.6	pass

13. Verifica dell'omogeneità e stabilità

Precedentemente alla spedizione, è stata verificata l'omogeneità dei campioni oggetto del test.

Su 10 oggetti, scelti a caso sulla globalità, e' stata eseguita, in doppio, l'analisi utilizzando il metodo UNI EN 12014-2:2018 accreditato UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018. Ai dati ottenuti vengono applicati i test statistici previsti dalla Norma ISO 13528:2022; i risultati, unitamente al giudizio, sono raccolti nelle seguenti tabelle.

- Tabella 6: risultati delle analisi per la verifica dell'omogeneità,
- Tabella 7: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità.

Sono state altresì condotte prove riguardanti la verifica della stabilità dei campioni. Ai dati ottenuti vengono applicati i test statistici previsti dalla Norma ISO 13528:2022; i risultati, unitamente al giudizio, sono raccolti nelle successive Tabella 8: verifica stabilità A e Tabella 9: verifica stabilità B.

Tabella 10: risultati delle analisi per la verifica dell'omogeneità

Descrizione parametro	Nitrati mg/kg NO ₃
Media (M_{arpae})	917
Mediana (m_{arpae})	926
num. misure (n)	20
gradi di libertà (gdl)	19
valore minimo (vm_{arpae})	863
valore massimo (VM_{arpae})	952
ds_{arpae}	28.92
dev. std. media (Sm_{arpae})	6.47
Varianza $Arpae$	836

12. Assigned concentration value and std dev 12%

The following table summarizes the information relating to:

- assigned true value of the laboratory results, obtained from the robust average, calculated with Algorithm A, with the exclusion of only obvious errors,
- σ_{PT} standard deviation equal to 12% of the assigned value,
- uncertainty associated with the parameter,
- criterion adopted for performance evaluation based on the relation between the uncertainty associated with the parameter and the standard deviation of the PT.

Since these are consensus values, the description of metrological traceability is considered irrelevant.

Table 11: assigned value of concentration and std dev 12%

Parameter	Unit of measurement	Value assigned	$\sigma_{PT} =$ dev std 12%	$U_{(x_{PT})}$	$U_{(x_{pt})} < 0.3\sigma_{PT}$
Nitrates	mg/kg NO ₃	924	110.9	12.6	pass

13. Homogeneity and stability assessment

Prior to shipment, the homogeneity of test samples was verified by the Provider.

On 10 objects, chosen at random, the analysis was carried out in duplicate, using the UNI EN 12014-2:2018 method, accredited by UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2018. The statistical tests required by the ISO 13528:2022 standard are applied to the data obtained. The results, together with the assessment, are shown in the following

- Table 6: analysis results to verify homogeneity
- Table 7: summary of statistical tests to verify homogeneity.

Tests were also conducted to verify the samples stability. The statistical tests required by the ISO 13528:2022 standard are applied to the data obtained. The results, together with the assessment, are shown in the following Table 8: stability check A and Table 9: stability check B.

Table 12: analysis results to verify homogeneity

Parameter description	Nitrates mg/kg NO ₃
Average ARPAE (M_{arpae})	917
Median (m_{arpae})	926
num. measures (n)	20
degrees of freedom (gdl)	19
minimum value (vm_{arpae})	863
maximum value (VM_{arpae})	952
ds_{arpae}	28.92
dev. std. average (Sm_{arpae})	6.47
Variance $Arpae$	836

Tabella 13: riassunto test statistici di verifica dell'omogeneità

Descrizione s.a.	Nitrati
S_w	35.10
S_s	0.0E+00
σ_{omo}	110.09
Valore di controllo $0.3 \sigma_{omo}$	33.03
$S_s \leq 0.3 \sigma_{omo}$	Pass

Legenda:

- S_w : scarto tipo fra le due prove dello stesso campione
- S_s : scarto tipo fra le prove delle ripetizioni dei campioni calcolato come descritto al p.to B3 della Norma ISO 13528:2022
- σ_{omo} : 0,12 x valore medio dell'omogeneità
- Valore di controllo: 0,3 x σ_{omo} .

Tabella 14: verifica stabilità A

s.a.	giorno 1 analisi campione 1a	giorno 1 analisi campione 1b	giorno 1 analisi campione 2a	giorno 1 analisi campione 2b	MEDIA 1 (M_1)	giorno 2 analisi campione 3a	giorno 2 analisi campione 3b	giorno 2 analisi campione 4a	giorno 2 analisi campione 4b	MEDIA 2 (M_2)
nitrati	921	892	947	924	921	939	954	927	877	924

s.a.	$ M_1 - M_2 $	σ_{PT}	giudizio
nitrati	3	110.9	Pass

Note: giorno 1 = giorno della spedizione

giorno 2 = 24 ore dopo il giorno 1, conservato a temperatura refrigerata $3^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$

Tabella 15: verifica stabilità B

s.a.	giorno 1 analisi campione 1a	giorno 1 analisi campione 1b	giorno 1 analisi campione 2a	giorno 1 analisi campione 2b	MEDIA 1 (M_1)	giorno 3 analisi campione 5a	giorno 3 analisi campione 5b	giorno 3 analisi campione 6a	giorno 3 analisi campione 6b	MEDIA 3 (M_3)
nitrati	921	892	947	924	921	926	917	946	942	933

s.a.	$ M_1 - M_3 $	σ_{PT}	giudizio
nitrati	12	110.9	Pass

Note: giorno 1 = giorno della spedizione

giorno 3 = dead line: ultimo giorno utile per la consegna dei risultati, campione conservato a temperatura di congelamento - $15^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$

14. Valutazione adeguatezza del metodo

In conformità al punto B1.1 della norma ISO 13528:2022, viene richiesto di valutare se lo scarto di ripetibilità del laboratorio che ha eseguito le analisi di omogeneità, calcolato ad un livello di concentrazione prossimo a quello della sostanza attiva oggetto di valutazione, è sufficientemente piccolo per poter valutare effetti di disomogeneità.

Viene utilizzata la seguente relazione:

$$\frac{S_{rvalARPAE}}{\sigma_{PT}} < 0.5$$

dove:

$S_{rvalARPAE}$: rappresenta lo scarto tipo ottenuto in sede di validazione dal PTP

σ_{PT} : deviazione standard pari al 12% della media robusta.

Tabella 16: valutazione adeguatezza del metodo

Sostanza attiva	media robusta (mg/kg)	$S_{rvalARPAE}$	$\frac{S_{rvalARPAE}}{\sigma_{PT}} < 0.5$	Valutazione
Nitrati	924	27	0.243	sì

Table 17: summary of statistical tests to verify homogeneity

Description s.a.	Nitrates
S_w	35.10
S_s	0.0E+00
σ_{omo}	110.09
Control value $0.3 \sigma_{omo}$	33.03
$S_s \leq 0.3 \sigma_{omo}$	Pass

Legend:

- S_w : standard deviation between the two tests of the same sample
- S_s : standard deviation between sample repetition tests calculated as described in point B3 of the ISO 13528:2022 Standard
- σ_{omo} : 0.12 x average value of homogeneity
- Control value: $0.3 \times \sigma_{omo}$.

Table 18: check stability A

s.a.	day 1 sample analysis 1a	day 1 sample analysis 1b	day 1 sample analysis 2a	day 1 sample analysis 2b	AVERAGE 1 (M_1)	day 2 sample analysis 3a	day 2 sample analysis 3b	day 2 sample analysis 4a	day 2 sample analysis 4b	AVERAGE 2 (M_2)
nitrates	921	892	947	924	921	939	954	927	877	924

s.a.	$ M_1 - M_2 $	σ_{PT}	assessment
nitrates	3	110.9	Pass

Notes: day 1 = shipping day
day 2 = 24 hours after day 1, stored at refrigerated temperature $3^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$

Table 19: check stability B

s.a.	day 1 sample analysis 1a	day 1 sample analysis 1b	day 1 sample analysis 2a	day 1 sample analysis 2b	AVERAGE 1 (M_1)	day 3 sample analysis 5a	Day 3 sample analysis 5b	day 3 sample analysis 6a	day 3 sample analysis 6b	AVERAGE 3 (M_3)
nitrates	921	892	947	924	921	926	917	946	942	933

s.a.	$ M_1 - M_3 $	σ_{PT}	assessment
nitrates	12	110.9	Pass

Notes: day 1 = shipping day
day 3 = dead line: last day for delivery of results, sample stored at freezing temperature $-15^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$

14. Evaluation of the adequacy of the method

In compliance with point B1.1 of the ISO 13528:2022, for each parameter, it is required to evaluate whether the repeatability deviation of the laboratory that performed the homogeneity analyses, calculated at a concentration level close to that of the active substance object of evaluation, is sufficiently small to be able to evaluate non-homogeneity effects.

The following relation is used:

$$\frac{S_{r_{val\ ARPAE}}}{\sigma_{PT}} < 0.5$$

Where:

- $S_{r_{val\ ARPAE}}$: represents the standard deviation obtained during validation by the PTP
- σ_{PT} : standard deviation equal to 12% of the robust mean

Table 20: evaluation of the adequacy of the method

Active substance	robust mean (mg/kg)	$S_{r_{val\ ARPAE}}$	$\frac{S_{r_{val\ ARPAE}}}{\sigma_{PT}}$	Evaluation
Nitrates	924	27	0.243	sì

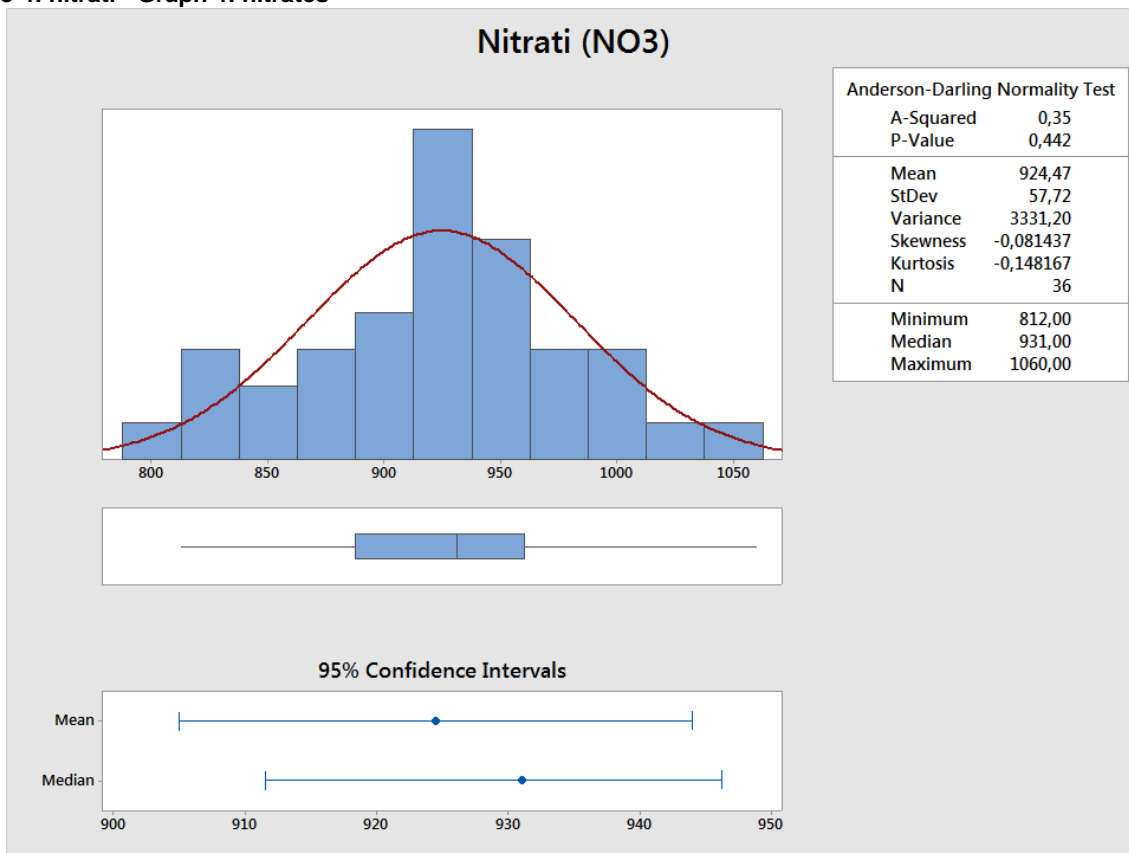
Tabella 21: risultati ricevuti dai laboratori

codice Laboratorio	Nitrati mg/kg NO ₃	Statistica		
		Parametri		Valori
23	865	Media Robusta	X^*_{Lab}	924
64	812			
79	947	mediana	m_{Lab}	931
125	884			
139	932	num. misure	n	36
140				
183	850	gradi di libertà (n-1)	gdl	35
190	914			
199	946	n° lab. con nr		0
230	995			
241	950	n° lab. con nd		0
314	927			
331	830	n° lab. errori grossolani		0
363	921			
371	920	valore minimo	vm	812
391	974			
398	954	valore massimo	VM	1060
405	910			
440	995	Dev. Standard robusta	S^*	60.29
449	939			
473	846	σ_{PT} dev. Standard 12%	σ_{PT}	110.9
499	910			
546	970	Dev. standard media	Sm	9.6
550	932			
569	912	Varianza	V	3331
604	935			
646	1015	Incertezza associata al PT	$u_{(XPT)}$	12.56
699	834.53			
726	985			
733	822.24			
790	897			
796	962			
878	1060			
926	868			
946	930			
968	1000			
995	937			

Table 22: results received from laboratories

code Laboratory	Nitrates mg/kg NO ₃	Statistics		Values
		Parameters		
23	865	Robust Mean	X* _{Lab}	924
64	812			
79	947	median	m _{Lab}	931
125	884			
139	932	num. measures	n	36
140				
183	850	degrees of freedom (n-1)	gdl	35
190	914			
199	946	n° lab. con nr		0
230	995			
241	950	n° lab. con nd		0
314	927			
331	830	n° lab. obvious values		0
363	921			
371	920	minimum value	vm	812
391	974			
398	954	maximum value	VM	1060
405	910			
440	995	Dev. Standard robust	S*	60.29
449	939			
473	846	σ _{PT} dev. Standard 12%	σ _{PT}	110.9
499	910			
546	970	Dev. standard mean	Sm	9.6
550	932			
569	912	Variance	V	3331
604	935			
646	1015	Uncertainty associated to PT	u _(XPT)	12.56
699	834.53			
726	985			
733	822.24			
790	897			
796	962			
878	1060			
926	868			
946	930			
968	1000			
995	937			

Grafico 4: nitrati - Graph 4: nitrates



Dall'analisi delle frequenze dei risultati si assume che la distribuzione sia unimodale.
 From the analysis of the frequencies of the results it is assumed that the distribution is unimodal.

Grafico 5: Box plot nitrati - Graph 5: nitrate box plot

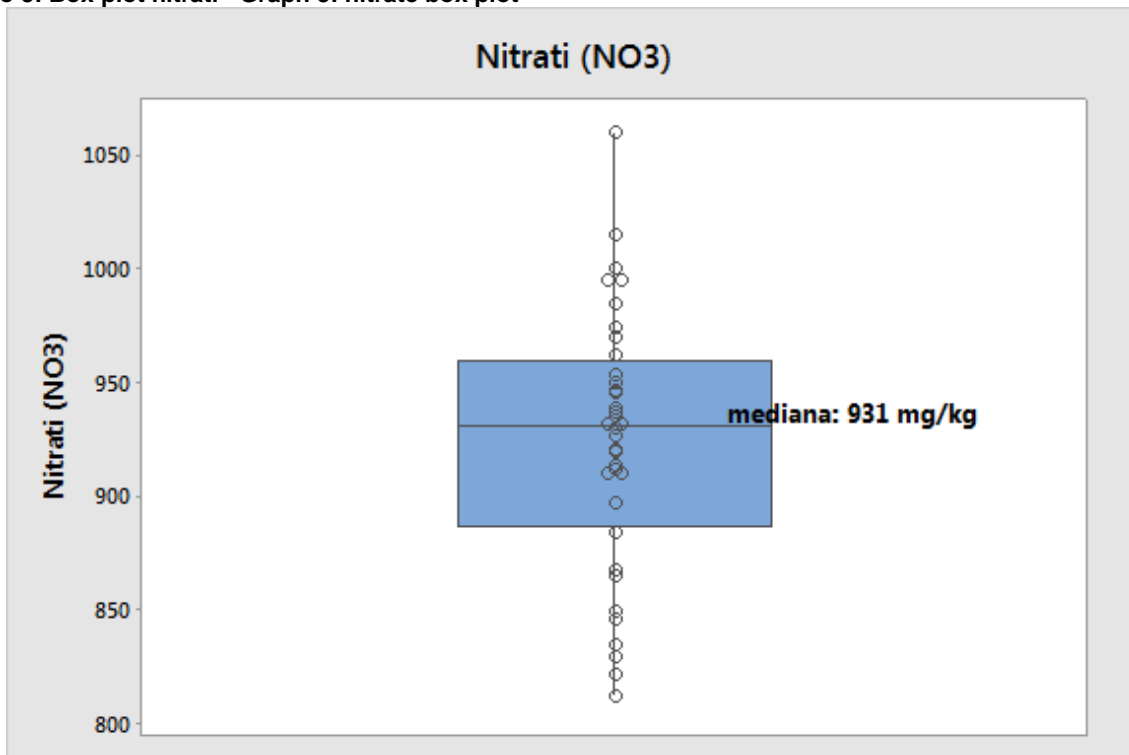


Tabella 23: z-score

laboratorio	tenore in nitrati (mg/kg)	z-score	Valutazione
23	865	-0.53	Soddisf
64	812	-1.01	Soddisf
79	947	0.21	Soddisf
125	884	-0.36	Soddisf
139	932	0.07	Soddisf
140			
183	850	-0.67	Soddisf
190	914	-0.09	Soddisf
199	946	0.20	Soddisf
230	995	0.64	Soddisf
241	950	0.23	Soddisf
314	927	0.03	Soddisf
331	830	-0.85	Soddisf
363	921	-0.03	Soddisf
371	920	-0.04	Soddisf
391	974	0.45	Soddisf
398	954	0.27	Soddisf
405	910	-0.13	Soddisf
440	995	0.64	Soddisf
449	939	0.13	Soddisf
473	846	-0.71	Soddisf
499	910	-0.13	Soddisf
546	970	0.41	Soddisf
550	932	0.07	Soddisf
569	912	-0.11	Soddisf
604	935	0.10	Soddisf
646	1015	0.82	Soddisf
699	834.53	-0.81	Soddisf
726	985	0.55	Soddisf
733	822.24	-0.92	Soddisf
790	897	-0.25	Soddisf
796	962	0.34	Soddisf
878	1060	1.22	Soddisf
926	868	-0.51	Soddisf
946	930	0.05	Soddisf
968	1000	0.68	Soddisf
995	937	0.12	Soddisf

Table 24: z-score

laboratory	nitrate content (mg/kg)	z-score	Evaluation
23	865	-0.53	Satisfactory
64	812	-1.01	Satisfactory
79	947	0.21	Satisfactory
125	884	-0.36	Satisfactory
139	932	0.07	Satisfactory
140			
183	850	-0.67	Satisfactory
190	914	-0.09	Satisfactory
199	946	0.20	Satisfactory
230	995	0.64	Satisfactory
241	950	0.23	Satisfactory
314	927	0.03	Satisfactory
331	830	-0.85	Satisfactory
363	921	-0.03	Satisfactory
371	920	-0.04	Satisfactory
391	974	0.45	Satisfactory
398	954	0.27	Satisfactory
405	910	-0.13	Satisfactory
440	995	0.64	Satisfactory
449	939	0.13	Satisfactory
473	846	-0.71	Satisfactory
499	910	-0.13	Satisfactory
546	970	0.41	Satisfactory
550	932	0.07	Satisfactory
569	912	-0.11	Satisfactory
604	935	0.10	Satisfactory
646	1015	0.82	Satisfactory
699	834.53	-0.81	Satisfactory
726	985	0.55	Satisfactory
733	822.24	-0.92	Satisfactory
790	897	-0.25	Satisfactory
796	962	0.34	Satisfactory
878	1060	1.22	Satisfactory
926	868	-0.51	Satisfactory
946	930	0.05	Satisfactory
968	1000	0.68	Satisfactory
995	937	0.12	Satisfactory

Grafico 6: z score - Graph 6: z score

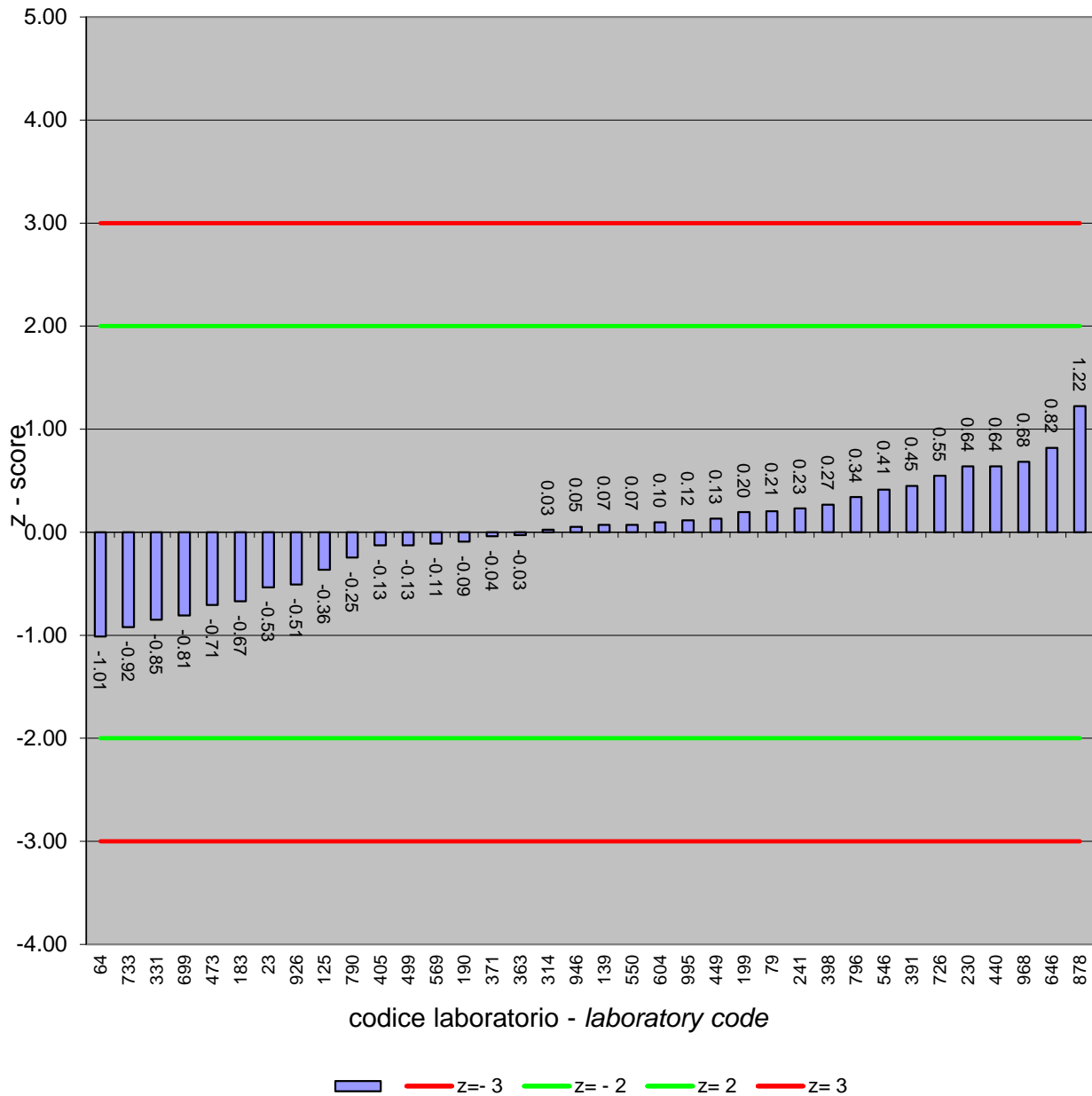


Tabella 25: valutazione complessiva del test

Riassunto dei giudizi	Z-score	
	<i>n° Laboratori</i>	<i>% lab</i>
Soddisfacente	36	100
Discutibile	0	0
Non Soddisfacente	0	0
Totale laboratori	36	100.0

15. Commento ai risultati e confronto con gli altri test

A partire dal 1997, riportiamo il riassunto dei valori veri assegnati, dei prodotti utilizzati nel test, del numero dei laboratori partecipanti e la % dei llaboratori con z-score soddisfacenti:

Tabella 26: overall evaluation of the test

Summary of the opinions	Z-score	
	<i>n° Laboratories</i>	<i>% lab</i>
Satisfactory	36	100
Questionable	0	0
Unsatisfactory	0	0
Totale laboratori	36	100.0

15. Comment on the results and comparison with other tests

Starting from 1997, we report the summary of the true values assigned, the products used in the test, the number of participating laboratories and the % of laboratories with satisfactory z-scores:

Tabella 27: Concentrazione, numero laboratori partecipanti e % laboratori con z-score soddisfacenti

codice	matrice	conc	Lab partecipanti	Lab con z-score sudd.	
Test	tipo	mg/kg NO3	n°	n°	%
set-97		1214	18	12	67
1TNO3-1998	actinidia	2319	22	17	77
2TNO3-1998	pomodoro	1040	25	19	76
3TNO3-1998	pera	944	27	21	78
1TNO3-1999	actinidia	1794	28	23	82
2TNO3-1999	zucchino	471	28	24	86
3TNO3-1999	pera	791	30	23	77
1TNO3-2000	pomodoro	323	33	29	88
2TNO3-2000	fragola	1763	31	28	90
3TNO3-2000	mela	1469	33	27	82
1TNO3-2001	actinidia	2417	38	29	76
2TNO3-2001	fragola	1788	35	25	71
3TNO3-2001	uva	500	33	26	79
1TNO3-2002	mela	1200	48	36	75
2TNO3-2002	fragola	681	40	29	73
3TNO3-2002	albicocca	808	40	32	80
1S - 03	actinidia	1013	46	35	76
2S - 03	pomodoro	705	46	26	62
3S - 03	pera	649	37	23	62
1S - 04	lattuga	827	46	36	86
1S - 05	lattuga	1828	46	24	65
2S - 05	lattuga	354	44	28	64
3S - 05	radicchio	324	45	36	80
1S - 06	rucola	1930	39	28	72
2S - 06	radicchio	375	42	33	79
1S - 07	rucola	3977	42	38	91
2S - 07	lattuga (i)	642	45	45	100
1S - 08	lattuga	929	40	32	80
2S - 08	lattuga	966	40	35	88
1S - 09	rucola	1727	44	30	68
2S - 09	prezzemolo	567	44	39	88.6
1S - 13	lattuga	2562	35	35	100
2S - 13	cavolo cappuccio	879	35	34	97.1
3S - 13	sedano	584	33	31	93.9
1S - 14	lattuga	639	40	39	97.5
2S - 14	radicchio	835	36	33	92.0
3S - 14	lattuga	509	38	33	86.8
1S - 15	lattuga	226	38	31	81.6
2S - 15	lattuga	751	38	33	86.8
3S - 15	lattuga	615	38	34	89.5
1S - 16	lattuga	658	39	35	89.7
2S - 16	lattuga	853	40	37	92,5
3S - 16	lattuga	545	39	35	92,1
1S - 17	lattuga	454	35	35	100
2S - 17	spinaci	195	34	34	100
3S - 17	lattuga	1982	39	36	97.3
1S - 18	spinaci	867	35	35	100
2S - 18	lattuga	1073	35	34	97.1
3S - 18	lattuga	733	36	36	100
1S - 19	lattuga	1266	37	37	100
2S - 19	lattuga	1216	35	34	97
3S - 19	lattuga	1003	37	37	100
1S - 20	lattuga	1306	37	36	97.3
2S - 20	spinaci	1424	34	33	97.1
3S - 20	lattuga	654	35	34	97.1
1S - 21	spinaci	1029	38	38	100.0
2S - 21	spinaci	754	36	35	97.2
3S - 21	lattuga	1328	34	33	97.1
1S - 22	lattuga	921	38	38	100
2S - 22	lattuga	1514	36	36	100
3S - 22	lattuga	1044	33	33	100
1S - 23	lattuga	1161	36	35	97.2
2S - 23	lattuga	1729	38	37	97.4
3S23	lattuga	924	36	36	100.0

(i): con adeguamento dei risultati per effetto della differenza fra il valore riscontrato all'analisi per la verifica dell'omogeneità ed il valore assegnato della concentrazione

Table 28: Concentration, number of participating laboratories and % laboratories with satisfactory z-scores

code	matrix	Conc.	Lab participants	Lab with z-score satisfac.	
Test	tipo	mg/kg NO3	n°	n°	%
set-97		1214	18	12	67
1TNO3-1998	actinidia	2319	22	17	77
2TNO3-1998	tomato	1040	25	19	76
3TNO3-1998	pear	944	27	21	78
1TNO3-1999	actinidia	1794	28	23	82
2TNO3-1999	zucchini	471	28	24	86
3TNO3-1999	pear	791	30	23	77
1TNO3-2000	tomato	323	33	29	88
2TNO3-2000	strawberry	1763	31	28	90
3TNO3-2000	apple	1469	33	27	82
1TNO3-2001	actinidia	2417	38	29	76
2TNO3-2001	strawberry	1788	35	25	71
3TNO3-2001	grape	500	33	26	79
1TNO3-2002	apple	1200	48	36	75
2TNO3-2002	strawberry	681	40	29	73
3TNO3-2002	apricot	808	40	32	80
1S - 03	actinidia	1013	46	35	76
2S - 03	tomato	705	46	26	62
3S - 03	pear	649	37	23	62
1S - 04	lettuce	827	46	36	86
1S - 05	lettuce	1828	46	24	65
2S - 05	lettuce	354	44	28	64
3S - 05	radish	324	45	36	80
1S - 06	rocket	1930	39	28	72
2S - 06	radish	375	42	33	79
1S - 07	rocket	3977	42	38	91
2S - 07	lettuce(i)	642	45	45	100
1S - 08	lettuce	929	40	32	80
2S - 08	lettuce	966	40	35	88
1S - 09	rocket	1727	44	30	68
2S - 09	parsley	567	44	39	88.6
1S - 13	lettuce	2562	35	35	100
2S - 13	cabbage	879	35	34	97.1
3S - 13	celery	584	33	31	93.9
1S - 14	lettuce	639	40	39	97.5
2S - 14	radish	835	36	33	92.0
3S - 14	lettuce	509	38	33	86.8
1S - 15	lettuce	226	38	31	81.6
2S - 15	lettuce	751	38	33	86.8
3S - 15	lettuce	615	38	34	89.5
1S-16	lettuce	658	39	35	89,7
2S-16	lettuce	853	40	37	92,5
3S-16	lettuce	545	39	35	92,1
1S-17	lettuce	454	35	35	100
2S-17	spinach	195	34	34	100
3S-17	lettuce	1982	39	36	97.3
1S-18	spinach	867	35	35	100
2S-18	lettuce	1073	35	34	97.1
3S-18	lettuce	733	36	36	100
1S-19	lettuce	1266	37	37	100
2S-19	lettuce	1216	35	34	97
3S-19	lettuce	1003	37	37	100
1S-20	lettuce	1306	37	36	97.3
2S-20	spinach	1424	34	33	97.1
3S-20	lettuce	654	35	34	97.1
1S-21	spinach	1029	38	38	100.0
2S-21	spinach	754	36	35	97.2
3S-21	lettuce	1328	34	33	97.1
1S-22	lettuce	921	38	38	100
2S-22	lettuce	1514	36	36	100
3S-22	lettuce	1044	33	33	100
1S-23	lettuce	1161	36	35	97.2
2S-23	lettuce	1729	38	37	97.4
3S23	lettuce	924	36	36	100.0

(i): with adjustment of the results due to the difference between the value found during the analysis to verify homogeneity and the assigned value of the concentration

16. Risultati e livello di concentrazione

Nel Grafico 7: % laboratori con risultati soddisfacenti e livello di concentrazione è riportato l'andamento della percentuale di laboratori con risultati soddisfacenti, in funzione del livello di concentrazione di nitrati espresso come mg/kg di NO₃. La retta, in rosso, ne indica la tendenza.

Grafico 7: % laboratori con risultati soddisfacenti e livello di concentrazione

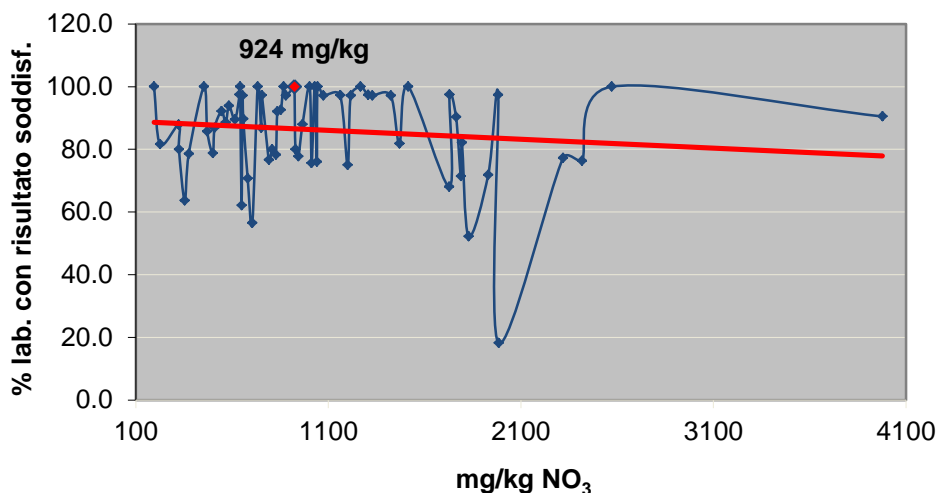
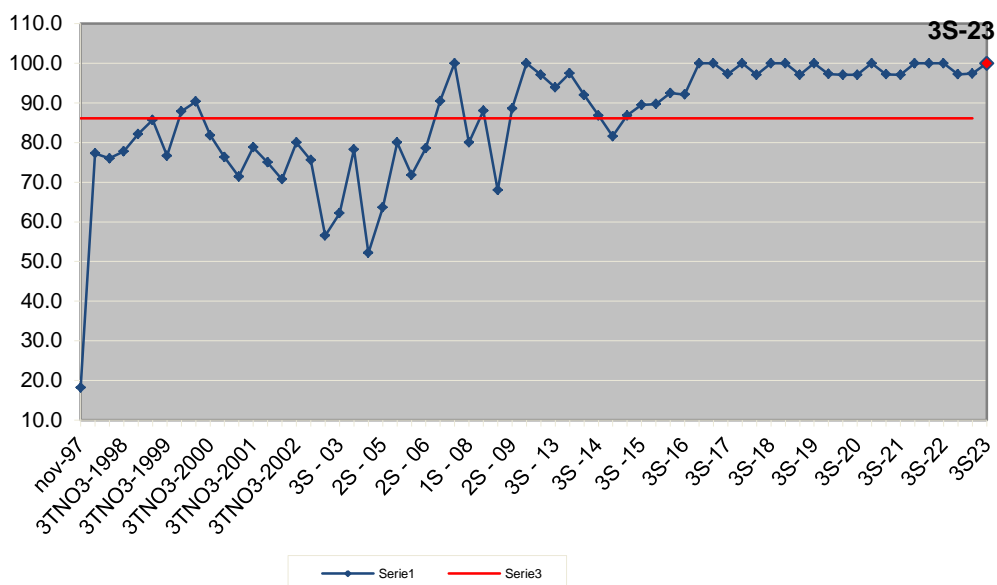


Grafico 8: risultati espressi attraverso la % dei laboratori con z-score soddisfacenti

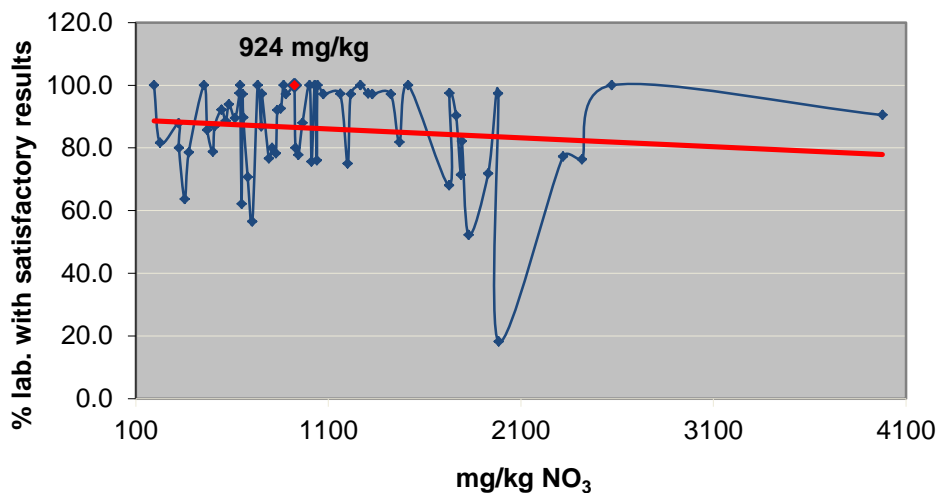
z-score nel tempo



16. Results and level of concentration

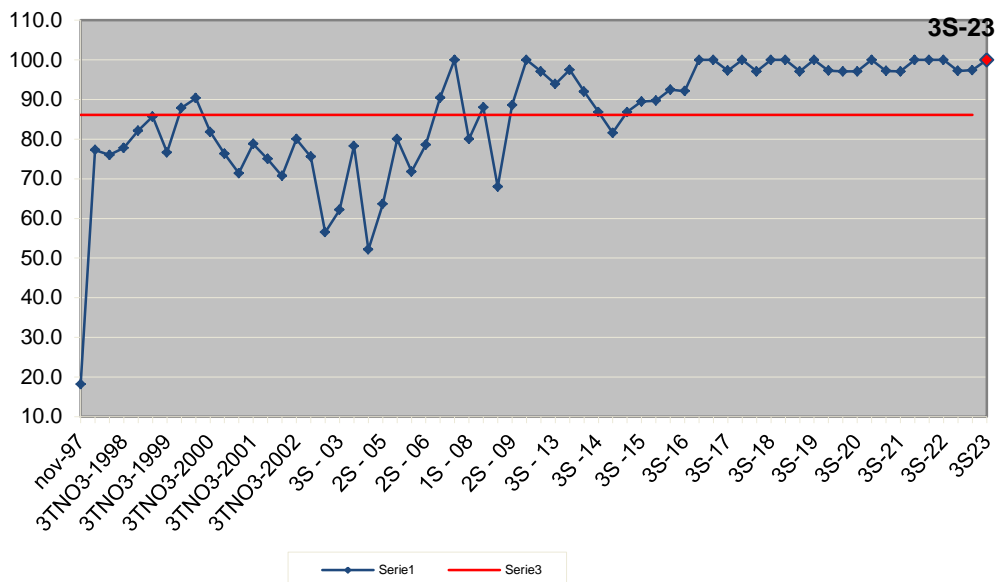
Graph 7: % laboratories with satisfactory results and concentration level shows the trend in the percentage of laboratories with satisfactory results, as a function of the nitrate concentration level expressed as mg/kg of NO₃. The line, in red, indicates the trend.

Graph 7: % laboratories with satisfactory results and concentration level



Graph 8: results expressed through the % of laboratories with satisfactory z-scores

z-score over time



17. Statistica

Errori qualitativi - falsi negativi-falsi positivi

Una sostanza attiva presente nel test, analizzata e non rilevata, a cui corrisponde un Limite di Quantificazione del partecipante minore del valore assegnato, viene considerata NR (Non Rilevata) e corrisponde ad uno z-score pari a 5.

Una sostanza attiva presente nel test, analizzata e non rilevata a cui corrisponde un LOQ maggiore del valore assegnato viene considerata ND (Non Determinata) e non corrisponde ad alcun z-score.

Una sostanza attiva presente nel test e non analizzata viene considerata ND e non corrisponde ad alcun z-score.

Una sostanza attiva non presente nel test, ma rilevata, comporta un errore per cui verrà attribuito al laboratorio uno z-score pari a 5.

Verifica omogeneità e stabilità

Il controllo dell'omogeneità e della stabilità dei campioni viene attuato in accordo alle indicazioni della norma ISO 13528:2022: "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".

Omogeneità:

Il criterio di accettabilità affinché i campioni del PT siano sufficientemente omogenei è che la varianza fra i campioni non sia maggiore della varianza all'interno del singolo campione.

Per cui:

$$S_s \leq 0.3\sigma_{om} \quad (1)$$

con:

- S_s = scarto tipo fra i campioni, calcolato come descritto al p.to B.3 13528:2022
- σ_{om} = dove FFP-RSD = 0,12 x valore medio dell'omogeneità di ogni sostanza attiva presente nel PT
- Valore di controllo: 0,3 x σ_{om}
- 0.3 = vedi Nota 1 paragrafo B.2.2 della Norma ISO 13528:2022.

La verifica della relazione (1) attesta che la varianza fra tutte le aliquote degli oggetti (campioni test) non è più alta della varianza all'interno delle singole aliquote dei medesimi. In questo caso la popolazione, costituita dalla totalità degli oggetti, risulta sufficientemente omogenea.

Stabilità:

La valutazione statistica è condotta in accordo al documento ISO 13528:2022, Annex B.

- Giorno 1 = al momento della spedizione degli oggetti (campioni).
- Giorno 2 = 24 ore dopo il giorno 1, conservato a temperatura refrigerata
- Giorno 3 = dead line: ultimo giorno utile per la consegna dei risultati da parte dei partecipanti; l'aliquota mantenuta congelata.

Una sostanza attiva può essere considerata adeguatamente stabile se:

$$|x_i - y_i| \leq 0.3\sigma_{PT}$$

dove

x_i = valore medio dei campioni al Giorno 1.

y_i = valore medio dei campioni al Giorno 2 o valore medio dei campioni al Giorno 3.

$\sigma_{(PT)}$ = deviazione standard usata nella valutazione del PT d'interesse

0,3: valore ricavato dall' Annex E.2 della ISO 13528:2022.

17. Statistics

Qualitative errors - false negatives-false positives

An active substance present in the test, analyzed and not detected, which corresponds to a participant's Limit of Quantification lower than the assigned value, is considered NR (Not Detected) and corresponds to a z-score of 5.

An active substance present in the test, analyzed and not detected which corresponds to a LOQ greater than the assigned value is considered ND (Not Determined) and does not correspond to any z-score.

An active substance present in the test and not analyzed is considered ND and does not correspond to any z-score.

An active substance not present in the test, but detected, leads to an error for which the laboratory will be given a z-score of 5.

Homogeneity and stability assessment

The homogeneity and stability assessment of the samples is implemented in accordance with the indications of the ISO 13528:2022 standard: "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".

Homogeneity:

The acceptability criterion for the PT samples to be sufficiently homogeneous is that the variance between the samples is not greater than the variance within the single sample.

Therefore:

$$S_s \leq 0.3\sigma_{om} \quad (1)$$

with:

- S_s = standard deviation between samples, (see B.3 ISO 13528:2022).
- σ_{om} = where FFP-RSD = 0.12 x average value of the homogeneity of each active substance present in the PT
- Control value: 0.3 x σ_{om}
- 0.3 = see Note 1 of B.2.2 of ISO 13528:2022.

The verification of relation (1) certifies that the variance between all the rates of the objects (test samples) is not higher than the variance within the individual rates of the same. In this case the population, made up of all the objects, is sufficiently homogeneous.

Stability:

The statistical evaluation is conducted in accordance with document ISO 13528:2022, Annex B.

- Day 1 = when items (samples) are shipped.
- Day 2 = 24 hours after day 1, stored at refrigerated temperature $3^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$
- Day 3 = dead line: last day for participants to submit their results; the portion kept frozen $-15^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$.

An active substance can be considered adequately stable if:

$$|x_i - y_i| \leq 0.3\sigma_{PT}$$

Where

- x_i = average value of the samples on Day 1.
- y_i = average value of samples on Day 2 or average value of samples on Day 3.
- $\sigma_{(PT)}$ = standard deviation used in evaluating the PT of interest
- 0.3: value obtained from Annex E.2 of ISO 13528:2022.

Valore assegnato

Data la tipologia di oggetti da valutare, è ritenuto adeguato l'approccio statistico dell' "Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2022.

Alla popolazione di dati dei partecipanti ottenuta per ogni sostanza attiva presente nel PT si applicano le seguenti regole:

- eliminazione dei valori anomali grossolani ovvi, come: unità di misura scorrette o utilizzo errato dei decimali;
- valutazione della distribuzione simmetrica con MINITAB 17;
- calcolo del valore assegnato utilizzando la statistica robusta, come descritto nell'Annex C della ISO13528:2022, attraverso l'algoritmo A, corrispondente alla media robusta;
- calcolo della deviazione standard "fit for purpose" corrispondente al 12% della media robusta.

Valutazione delle performances

A corredo del valore assegnato viene calcolata l'incertezza associata utilizzando la formula riportata al punto 7.7.7 della ISO 13528:2022.

$$u_{(XPT)} = 1.25 \times \frac{S^*}{\sqrt{n}}$$

dove:

- $u_{(XPT)}$: rappresenta l'incertezza associata al valore assegnato per ogni analita
- S^* : rappresenta la deviazione standard robusta, calcolata secondo quanto riportato nell'Annex C della norma ISO 13528:2022.
- n : rappresenta il numero di misure.

Il calcolo della deviazione standard "fit for purpose" corrisponde al 12% della media robusta per i PT Nitrati, in base ad una valutazione dei passati PT.

Per la valutazione delle prestazioni dei partecipanti viene calcolato il parametro z-score attraverso la relazione matematica:

$$z = \frac{X_i - X_{PT}}{\sigma_{PT}}$$

dove:

- $x_{(i)}$: rappresenta il valore riscontrato dal laboratorio per una sostanza attiva
- $x_{(pt)}$: rappresenta il valore riscontrato dall'elaborazione statistica robusta per il PT
- $\sigma_{(pt)}$: rappresenta la deviazione standard FFP del PT d'interesse

Qualora si riscontrasse che:

$$u_{(XPT)} > 0.3\sigma_{PT}$$

dove:

- $\sigma_{(pt)}$: rappresenta la deviazione standard FFP del PT d'interesse

oppure effetti di disomogeneità o instabilità, viene calcolato il parametro z' score come descritto al punto 9.5.1 della norma ISO 13528:2022 inserendo al denominatore il contributo dell'incertezza $u_{(xpt)}$:

$$z' = \frac{X_i - X_{PT}}{\sqrt{\sigma_{PT}^2 + u_{(XPT)}^2}}$$

dove:

- $x_{(i)}$: rappresenta il valore riscontrato dal laboratorio per una sostanza attiva
- $x_{(pt)}$: rappresenta il valore riscontrato dall'elaborazione statistica robusta per il PT
- $\sigma_{(pt)}$: rappresenta la deviazione standard FFP del PT d'interesse
- $u_{(xpt)}$: l'incertezza associata al valore assegnato per ogni analita

Assigned value

Given the type of objects to be evaluated, the statistical approach of "Algorithm A" present in Annex C of ISO 13528:2022 is considered adequate.

The following rules apply to the participant data population obtained for each active substance present in the PT:

- elimination of obvious errors, such as: incorrect units of measurement or incorrect use of decimals;
- evaluation of symmetric distribution with MINITAB 17;
- calculation of the assigned value using robust statistics, as described in Annex C of ISO13528:2022, through algorithm A, corresponding to the robust mean;
- calculation of the "fit for purpose" standard deviation corresponding to 12% of the robust mean.

Performance evaluation

In addition to the assigned value, the associated uncertainty is calculated using the formula reported in point 7.7.7 of ISO 13528:2022.

$$u_{(XPT)} = 1.25 \times \frac{S^*}{\sqrt{n}}$$

Where:

- $u_{(XPT)}$: represents the uncertainty associated with the value assigned for each analyte
- S^* : represents the robust standard deviation, calculated according to what is reported in Annex C of the ISO 13528:2022 standard.
- n : represents the number of measures.

The calculation of the "fit for purpose" standard deviation corresponds to 12% of the robust mean for Nitrate PTs, based on an evaluation of past PTs.

To evaluate the participants' performance, the z-score parameter is calculated through the mathematical relation:

$$z = \frac{X_i - X_{PT}}{\sigma_{PT}}$$

Where:

- $x_{(i)}$: represents the value found by the laboratory for an active substance
- $x_{(pt)}$: represents the value found by the robust statistical processing for the PT
- $\sigma_{(pt)}$: represents the FFP standard deviation of the PT of interest

If it is found that:

$$u_{(XPT)} > 0.3\sigma_{PT}$$

Where:

- $\sigma_{(pt)}$: represents the FFP standard deviation of the PT of interest

or effects of non-homogeneity or instability, the z' score parameter is calculated as described in point 9.5.1 of the ISO 13528:2022 standard by inserting the contribution of the uncertainty $u_{(xpt)}$ in the denominator:

$$z' = \frac{X_i - X_{PT}}{\sqrt{\sigma_{PT}^2 + u_{(XPT)}^2}}$$

Where:

- $x_{(i)}$: represents the value found by the laboratory for an active substance
- $x_{(pt)}$: represents the value found by the robust statistical processing for the PT
- $\sigma_{(pt)}$: represents the FFP standard deviation of the PT of interest
- $u_{(xpt)}$: the uncertainty associated with the value assigned for each analyte

z-score e z'-score vengono interpretati come segue:

$ z \leq 2$	soddisfacente
$2 < z < 3$	discutibile
$ z \geq 3$	insoddisfacente

Definizioni

Media (M_{ARPAE}): media aritmetica di una serie di n valori (x_i) e viene calcolata sommando tutti i dati ottenuti e dividendo per il numero (n) degli stessi.

$$M = \frac{\sum X_i}{n}$$

Mediana ($m_{arpae, mLab}$): Mediana dei dati ottenuti dall'organizzatore o dai partecipanti, per ciascuna sostanza attiva. Serie di n dati ordinati x_1, x_2, \dots, x_n , il valore centrale, cioè il valore che occupa il posto $\frac{n+1}{2}$ della serie se n è dispari, $\frac{n}{2}$ ed $\frac{n}{2} + 1$ se n è pari.

Valore minimo (vm_{ARPAE}, vm_{Lab}): numero più piccolo ottenuto da SSLM in sede valutazione dell'omogeneità, o dai dati dei partecipanti.

Valore Massimo (VM_{ARPAE}, VM_{Lab}): numero più grande ottenuto da SSLM in sede valutazione dell'omogeneità, o dai dati dei partecipanti.

gdl: gradi di libertà

Scarto: differenza fra ciascun risultato del laboratorio ed il valore vero assegnato.

Deviazione standard (ds_{ARPAE}, ds_{Lab}): deviazione standard dei dati di omogeneità dell'organizzatore, o dei dati dei partecipanti, misura della dispersione di una serie di osservazioni. Si calcola dalla seguente relazione:

$$ds = \sqrt{\frac{(X_i - X)^2}{n - 1}}$$

Deviazione standard media (S.m.): deviazione standard diviso la radice quadrata delle n misure.

$M_{robusta}$: calcolata dalla popolazione di dati dei partecipanti, seguendo l'approccio statistico dell'"Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2022

$ds_{robusta}$: calcolata dalla popolazione di dati dei partecipanti, seguendo l'approccio statistico dell'"Algoritmo A" presente nell'Annex C della ISO 13528:2022

σ : deviazione standard calcolata pari al 12% della media robusta.

Varianza (V): quadrato della deviazione standard.

Giustizia (Giu): grado di concordanza tra il valore medio e l'incremento teorico ($M_{robusta} - it$)

z-score and z'-score are interpreted as follows:

$ z \leq 2$	satisfactory
$2 < z < 3$	questionable
$ z \geq 3$	unsatisfactory

Definitions

Mean (M_{ARPAE}): arithmetic mean of a series of n values (x_i) and is calculated by adding all the data obtained and dividing by the number (n) of the same.

$$M = \frac{\sum X_i}{n}$$

Median (m_{arpae} , m_{Lab}): Median of the data obtained by the organizer or participants, for each active substance. Series of n ordered data x_1, x_2, \dots, x_n , the central value, that is the value that occupies the place $\frac{n+1}{2}$ of the series if n is odd, $\frac{n}{2}$ and $\frac{n}{2} + 1$ if n is even.

Minimum value (vm_{ARPAE} , vm_{Lab}): smallest number obtained by PTP during the homogeneity assessment, or from participant data.

Maximum Value (VM_{ARPAE} , VM_{Lab}): largest number obtained by PTP during the homogeneity evaluation, or from participant data.

gdl: degrees of freedom

Deviation: difference between each laboratory result and the true value assigned.

Standard deviation (ds_{ARPAE} , ds_{Lab}): standard deviation of the Provider's homogeneity data, or of the participants' data, a measure of the dispersion of a series of observations. It is calculated from the following relation:

$$ds = \sqrt{\frac{(X_i - X)^2}{n - 1}}$$

Mean standard deviation (S.m.): standard deviation divided by the square root of the n measurements.

M_{robusta} : Robust average, calculated from the participant data population, following the statistical approach of "Algorithm A" present in Annex C of ISO 13528:2022

ds_{robusta} : Robust standard deviation, calculated from the participant data population, following the statistical approach of "Algorithm A" present in Annex C of ISO 13528:2022

σ : calculated standard deviation equal to 25% of the robust mean.

Variance (V): square of the standard deviation.

Trueness (Giu): degree of agreement between the average value and the theoretical increase ($M_{\text{robusta}} - it$).

Anderson Darling A^2 : Il test di Anderson-Darling può essere applicato a qualsiasi distribuzione. Di seguito sono riportate tabelle utili alla valutazione della distribuzione normale.

Tabella 3: Valori di riferimento Anderson Darling

A^2	0.631	0.752	0.873	1.035
p-Value	0.1	0.05	0.025	0.01

Per le distribuzioni normali e logonormali, la statistica di prova A^2 viene calcolata da

Definizione operativa della statistica test di Anderson-Darling:

$$A^2 = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n [(2i - 1) \ln[F(x_i, \theta)] + (2n + 1 - 2i) \ln[1 - F(x_i, \theta)]]$$

Lunghezza campione
Indice del campione ordinato
Valore della distribuzione teorica calcolato in corrispondenza dell' i -esimo valore campionario

dove:

n rappresenta la dimensione del campione;

$F(x)$ rappresenta una funzione di ripartizione che restituisce la probabilità cumulativa associata alla funzione.

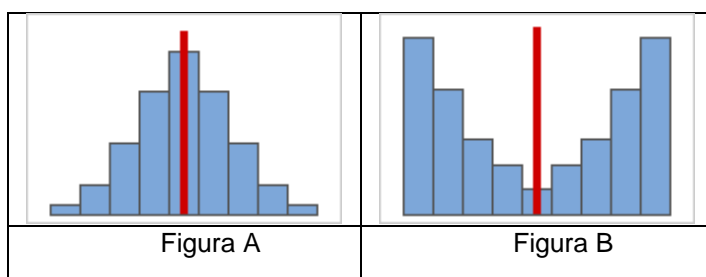
i rappresenta l'iesimo campione

<http://www.statisticshowto.com/anderson-darling-test/>

P-Value: il p-value è un parametro in grado di discriminare fra l'ipotesi di distribuzione normale e l'ipotesi di distribuzione non normale. Se il p-value è >0.05 si accetta l'ipotesi di distribuzione normale. Se il p-value è <0.05 si rifiuta l'ipotesi di distribuzione normale, cioè la distribuzione è non normale.

Skewness: L'asimmetria è la misura in cui i dati non sono simmetrici.

Se il valore di skewness è 0, positivo o negativo rivela informazioni sulla forma dei dati.



Fonte: MINITAB 17 (016/FE)

Distribuzioni simmetriche

Quando i dati diventano più simmetrici, il loro valore di asimmetria si avvicina a zero. La figura A mostra i dati normalmente distribuiti, che per definizione presentano una relativamente piccola asimmetria. Tracciando una linea al centro di questo istogramma di dati normali è facile vedere che i due lati si rispecchiano l'un l'altro. Ma la mancanza di asimmetria da sola non implica la normalità. La figura B mostra una distribuzione in cui i due lati si rispecchiano ancora l'uno con l'altro, sebbene i dati siano lontani dal solito distribuiti.

Anderson Darling A^2 : The Anderson-Darling test can be applied to any distribution. Below are tables useful for evaluating the normal distribution.

Table A: Anderson Darling reference values

A^2	0.631	0.752	0.873	1.035
p-Value	0.1	0.05	0.025	0.01

For normal and logonormal distributions, the test statistic A^2 is calculated by

Definizione operativa della statistica test di Anderson-Darling:

$$A^2 = -n - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n [(2i-1) \ln[F(x_i, \theta)] + (2n+1-2i) \ln[1-F(x_i, \theta)]]$$

Lunghezza campione
Indice del campione ordinato

Valore della distribuzione teorica calcolato in corrispondenza dell' i -esimo valore campionario

Where:

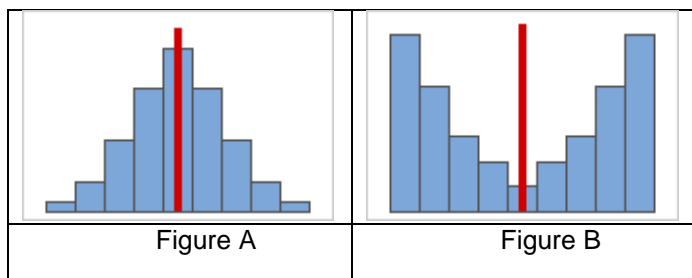
- n : represents the sample size;
- $F(x)$: represents a distribution function that returns the cumulative probability associated with the function.
- i : represents the i th sample

<http://www.statisticshowto.com/anderson-darling-test/>

P-Value: parameter capable of discriminating between the hypothesis of normal distribution and the hypothesis of non-normal distribution. If the p-value is >0.05 , the hypothesis of normal distribution is accepted. If the p-value is <0.05 , the hypothesis of normal distribution is rejected, i.e. the distribution is non-normal.

Skewness: Skewness is the extent to which the data is not symmetrical.

Whether the skewness value is 0, positive or negative reveals information about the shape of the data.



Source: MINITAB17 (06/FE)

Symmetrical distributions

As data become more symmetric, their skewness value approaches zero. Figure A shows normally distributed data, which by definition has relatively little skewness. By drawing a line down the center of this histogram of normal data it is easy to see that the two sides mirror each other. But lack of asymmetry alone does not imply normality. Figure B shows a distribution in which the two sides still mirror each other, although the data is far from normally distributed.

Kurtosi: è una misura dell'allontanamento dalla normalità distributiva, rispetto alla quale si può verificare un maggiore appiattimento, distribuzione platicurtica, o un maggiore allungamento, distribuzione leptocurtica. Il valore dell'indice che corrisponde alla distribuzione gaussiana è "0": un valore minore di 0 indica distribuzione platicurtica, mentre un valore maggiore di 0 indica distribuzione leptocurtica. La Kurtosis indica come il picco e le code di una distribuzione differiscono dalla distribuzione normale. La Kurtosis può aiutare a capire inizialmente le caratteristiche generali sulla distribuzione dei dati.

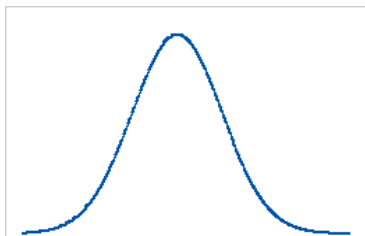


figura A
Linea di base: valore di Kurtosis pari a 0 (figura A)

I dati che seguono una distribuzione normale hanno perfettamente un valore di Kurtosis pari a 0. I dati normalmente distribuiti stabiliscono la linea di base per la Kurtosis. La Kurtosis del campione che devia significativamente da 0 può indicare che i dati non sono distribuiti normalmente.

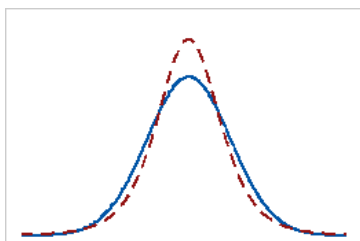


figura B
Kurtosis positiva (figura B)

Una distribuzione con un valore di Kurtosis positiva indica che la distribuzione ha code più pesanti e un picco più acuto rispetto alla distribuzione normale. Ad esempio, i dati che seguono alla distribuzione hanno un valore di Kurtosis positiva. La linea continua mostra la distribuzione normale e la linea tratteggiata mostra una distribuzione con un valore di Kurtosis positiva.

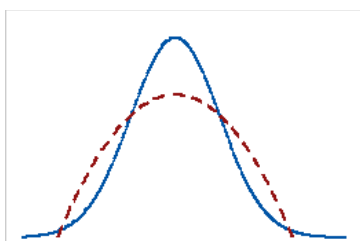


figura C
Kurtosis negativa (figura C)

Una distribuzione con un valore di Kurtosis negativo indica che la distribuzione ha code più chiare e un picco più piatto rispetto alla distribuzione normale. La linea continua mostra la distribuzione normale e la linea tratteggiata mostra una distribuzione con un valore di kurtosis negativo.

Kurtosis: is a measure of the departure from distributional normality, compared to which a greater flattening, platykurtic distribution, or greater elongation, leptokurtic distribution, can occur.

The value of the index that corresponds to the Gaussian distribution is "0": a value less than 0 indicates platykurtic distribution, while a value greater than 0 indicates leptokurtic distribution.

Kurtosis indicates how the peak and tails of a distribution differ from the normal distribution.

Kurtosis can help to initially understand general characteristics about data distribution.

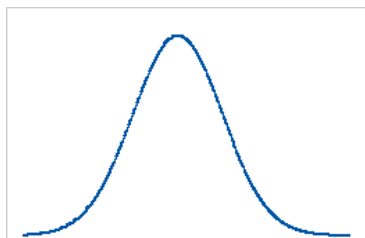


figure A

Baseline: Kurtosis value of 0 (figure A)

Data that follows a normal distribution perfectly has a Kurtosis value of 0. Normally distributed data establishes the baseline for Kurtosis. Sample Kurtosis deviating significantly from 0 may indicate that the data is not normally distributed.

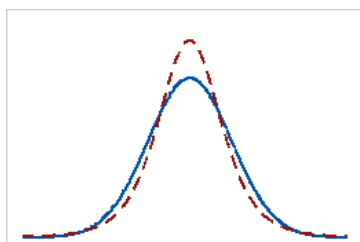


figure B

Positive Kurtosis (figure B)

A distribution with a positive Kurtosis value indicates that the distribution has heavier tails and a sharper peak than the normal distribution. For example, the data following the distribution has a positive Kurtosis value. The solid line shows the normal distribution and the dotted line shows a distribution with a positive Kurtosis value.

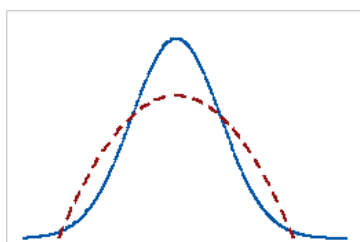


figure C

Negative Kurtosis (figure C)

A distribution with a negative Kurtosis value indicates that the distribution has lighter tails and a flatter peak than the normal distribution. The solid line shows the normal distribution and the dotted line shows a distribution with a negative Kurtosis value.

18. Appelli o Reclami

In accordo con il SGQ di Arpae, i partecipanti ai PT hanno la possibilità di presentare appelli o reclami all'ente organizzatore compilando il format presente all'indirizzo: https://service.arpae.it/interview/Reclami_Informazioni/index.asp?pg=2

La natura del reclamo è in funzione all'erogazione del servizio: ritardi sulle tempistiche programmate, campioni scongelati o danneggiati.

L'appello può essere presentato dopo l'emissione del report finale. Il partecipante può contestare la valutazione delle proprie prestazioni presentando documentazione oggettiva delle proprie motivazioni.

Una volta ricevuto appello o reclamo Arpae comunica l'avvenuta ricezione al partecipante e ha tempo 30 giorni solari per rispondere via email ed eventualmente emendare il report finale.

19. Oggetti residui

A conclusione di ogni schema di PT gli oggetti eccedenti vengono conservati a temperatura di congelamento controllata secondo quanto riportato nel SGQ di Arpae, per un periodo di 30 giorni solari dalla data di emissione della revisione 0 del report finale. Gli oggetti rimangono a disposizione dei partecipanti che hanno facoltà di richiederne un'ulteriore aliquota qualora volessero utilizzare il materiale per proprie finalità.

Si specifica che la stabilità del materiale è garantita fino alla data della dead line della trasmissione dei risultati comunicata nella email che viene inviata alla consegna dei campioni.

La logistica e gli oneri del solo trasporto degli oggetti sono a carico del partecipante.

20. Riferimenti

- UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 requisiti generali per proficiency testing
- UNI CEI ISO/IEC 17025:2018
- ISO 13528:2022 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- I71101/FE Linea guida per l'utilizzo del programma MINITAB 17 per elaborazioni previste nella validazione delle procedure o metodi di prova
- Journal of Agricultural and Food Chemistry", 2011, 59(14), 7609-7619.
- MINITAB 17

18. Appeals or Complaints

In accordance with the Arpae QMS, participants in the PTs have the possibility to submit appeals or complaints to the Provider by filling out the form at the address:

https://service.arpae.it/interview/Reclami_Informazioni/index.asp?pg=2

The nature of the complaint depends on how the service was provided: delays in the scheduled times, thawed or damaged samples.

The appeal can be submitted after the final report is issued. The participant can question the evaluation of their performance by presenting objective documentation of their motivations.

Once an appeal or complaint has been received, Arpae communicates receipt to the participant and has 30 calendar days to respond by email and possibly amend the final report.

19. Residual objects

At the conclusion of each PT scheme, the excess objects are stored at a controlled freezing temperature as reported in the Arpae QMS, for a period of 30 calendar days from the date of issue of revision 0 of the final report. The objects remain available to the participants who have the right to request an additional amount if they wish to use the material for their own purposes.

It is specified that the stability of the material is guaranteed until the deadline for transmitting the results communicated in the email that is sent upon delivery of the samples.

The participants are responsible for the logistics and cost of objects shipping..

20. References

- UNI CEI ISO/IEC 17043:2010 general requirements for proficiency testing
- UNI CEI ISO/IEC 17025:2018
- ISO 13528:2022 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison
- I71101/FE Guideline for the use of the MINITAB 17 program for processing foreseen in the validation of test procedures or methods
- Journal of Agricultural and Food Chemistry”, 2011, 59(14), 7609-7619.
- MINITAB17

Hanno partecipato alla realizzazione del test:

- ✓ per la parte preparativa: A. Tieghi (*firmato*), D. Tamoni (*firmato*), E. Roncarati (*firmato*).
- ✓ per la parte analitica: A. Tieghi (*firmato*), D. Tamoni (*firmato*), E. Roncarati (*firmato*).
- ✓ per la parte organizzativa, elaborazione statistica e stesura: A. Tieghi (*firmato*), D. Tamoni (*firmato*), E. Roncarati (*firmato*).

The following participated in the implementation of the test:

- ✓ for the preparatory part: A. Tieghi (*signed*), D. Tamoni (*signed*), E. Roncarati (*signed*).
- ✓ for the analytical part: A. Tieghi (*signed*), D. Tamoni (*signed*), E. Roncarati (*signed*).
- ✓ for the organizational part, statistical processing and drafting: A. Tieghi (*signed*), D. Tamoni (*signed*), E. Roncarati (*signed*).

Fin qui giungerai, e non oltre... (Giobbe 38-11)
